# PATENT COOPERATION TREATY

# **PCT**

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT



(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference Alc 7/PCT	FOR FURTHER ACTION		tionofTransmittalofInternational Preliminary n Report (Form PCT/IPEA/416)			
International application No.	International filing date (day/n	nonth/year)	Priority date (day/month/year)			
PCT/DE00/03411	29 September 2000 (29	9.09.00)	15 October 1999 (15.10.99)			
International Patent Classification (IPC) or no C08B 1/00	ational classification and IPC					
Applicant	ALCERU SCHWARZA	A GMBH				
This international preliminary exami and is transmitted to the applicant ac		by this Interr	national Preliminary Examining Authority			
2. This REPORT consists of a total of	5 sheets, including	ng this cover s	sheet.			
amended and are the basis for	ied by ANNEXES, i.e., sheets of r this report and/or sheets contain Administrative Instructions und	ning rectifica	on, claims and/or drawings which have been tions made before this Authority (see Rule			
These annexes consist of a to	tal of sheets.					
3. This report contains indications relat	ting to the following items:					
I Basis of the report						
II Priority						
III Non-establishment o	of opinion with regard to novelty	, inventive st	ep and industrial applicability			
IV Lack of unity of inve	ention					
V Reasoned statement citations and explana	under Article 35(2) with regard ations supporting such statement	to novelty, in	RECEIVED			
VI Certain documents o	cited		-			
VII Certain defects in the	e international application		SEP 6 2002			
VIII Certain observations	VIII Certain observations on the international application TC 1700					
Date of submission of the demand	Date of	f completion of	of this report			
14 April 2001 (14.04.	.01)	14 De	ecember 2001 (14.12.2001)			
Name and mailing address of the IPEA/EP	Author	ized officer				
Facsimile No.	Teleph	one No.				

Form PCT/IPEA/409 (cover sheet) (July 1998)



International application No.

### PCT/DE00/03411

### INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

I.	I. Basis of the report							
1.	1. With regard to the elements of the international application:*							
		the international application as originally filed						
	$\overline{\boxtimes}$	the desc	cription:					
		pages	1-9	, as originally filed				
		pages		, filed with the demand				
		pages	, filed with the letter of					
	$\square$	the clair	ms:					
		pages	1-11	, as originally filed				
		pages	, as amended (together with any sta	tement under Article 19				
		pages		, filed with the demand				
		pages	, filed with the letter of					
	$\square$	the drav						
		pages		as originally filed				
		pages		, filed with the demand				
		pages	, filed with the letter of	· :				
	<u> </u>							
	ш <sup>т</sup>	•	nce listing part of the description:					
		pages						
		pages pages	, filed with the letter of	, filed with the demand				
2.	With	regard to	to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in all application was filed, unless otherwise indicated under this item.	n the language in which				
	Thes	e elemen	ts were available or furnished to this Authority in the following language	which is:				
		the lang	guage of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).					
		the lang	guage of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).					
			guage of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination	(under Rule 55.2 and/				
		or 55.3	,					
3.	With	regard minary ex	to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application was carried out on the basis of the sequence listing:	ation, the international				
	Ц	contain	ed in the international application in written form.	i				
		filed to	gether with the international application in computer readable form.					
	Щ	furnish	ed subsequently to this Authority in written form.					
	Щ	furnish	ed subsequently to this Authority in computer readable form.					
			atement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond tional application as filed has been furnished.	the disclosure in the				
			atement that the information recorded in computer readable form is identical to the written	en sequence listing has				
4.	$\Box$	The am	nendments have resulted in the cancellation of:					
•	_		the description, pages					
		_	the claims, Nos					
			the drawings, sheets/fig					
5.		This rep	port has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have	e been considered to go				
*	Panl-	•	the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**  Theets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under As	rticle 14 are referred to				
	in th	icement s is report 10.17).	as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain an	nendments (Rule 70.16				
**	Any r	eplaceme	ent sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this rej	port.				

International application No.
PCT/DE 00/03411

YES

NO

1-11

V.	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement							
1.	Statement							
	Novelty (N)	Claims	1-11	YES				
		Claims		NO				
	Inventive step (IS)	Claims		YES				
		Claims	1-11	NO				

2. Citations and explanations

Industrial applicability (IA)

#### Citations

D1: DE-A-44 39 149 (THUERINGISCHES INST TEXTIL)
9 May 1996 (1996-05-09).

#### Inventive step (PCT Article 33(3))

Claims

Claims

Example 8 of D1 discloses a process for forming cellulosic shaped bodies, said method comprising the following steps:

- (a) formation of a cellulose suspension from cellulose and an aqueous phase with a cellulose/water ratio of 1:10, the mixture being stirred for 120 minutes whilst cellulose enzymes are added;
- (b) separation of the aqueous phase until the water content lies at 37.5% and feeding back of the separated aqueous phase into step (a);
- (d) feeding of the moist cellulose obtained into a double screw extruder and addition of NMMO into the first zone of the double screw extruder, the two components being mixed; and
- (e) evaporation of the excess water in the extruder to produce a homogeneous extrusion solution.

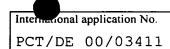
Form PCT/IPEA/409 (Box V) (January 1994)

As already specified above, step (a) is carried out during stirring, i.e. shearing. In this regard reference is also made to Claim 10, which explicitly discloses shearing. It is also pointed out that in an extrusion process as disclosed in D1, shearing automatically occurs. Consequently, steps (d) and (e) disclosed in D1 also take place during shearing. Following step (d) the NMMO content is 78 wt.% and therefore lies within the claimed range (this content was calculated from: the total quantity of liquid: 259 g/min and the addition of NMMO: 203 g/min (calculated from the addition of NMMO/water and the mol ratio of NMMO:water)).

The claimed method therefore differs from the method disclosed in D1 merely in that in step (c), which is not disclosed in D1, the cellulose dewatered in step (b) is homogenised in a first shearing zone.

The present invention therefore addresses the problem of accelerating the formation of the solution in step (e) and of washing out soluble attendant materials through the amine oxide-free steps (a) and (b). The latter problem can be considered to be solved in D1, since steps (a) and (b) of that document are identical. Furthermore, dissolution of the cellulose takes place in D1 within 5 minutes (Example 8), and therefore the first problem can also be considered to be solved.

The objective problem addressed by the present invention therefore consists in the development of an additional method step, namely the shearing of the moist cellulose before the addition of NMMO. However, the mere development of an additional



method step that is perfectly common in solution technology can contribute nothing to inventive step without proof of a surprising effect. Consequently, the subjects of Claims 1-11 lack inventive step in relation to D1.

137

## VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSEMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS......

# **PCT**

REC'D 1 8 DEC 2001

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:				(Altikel 50 dild i	legel / 0 / C	, · · )			
PCT/DE00/03411 29/09/2000 15/10/1999  Internationale Patentidassilikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08B1/00  Anmelder  Alceru Schwarza Gmbh et al.  1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.  2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.    Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:			s Anmelders oder Anwalts	WEITERES VORGE					
Internationale Patentidassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08B1/00  Anmelder ALCERU SCHWARZA GMBH et al.  1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.  2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.    Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:	Internation	nales A	ktenzeichen	Internationales Anmeldedat	um <i>(Tag/Monat/Jahr)</i>	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag)			
Anmelder ALCERU SCHWARZA GMBH et al.  1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.  2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.    Außerdern liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:	PCT/DE	00/03	3411	29/09/2000		15/10/1999			
ALCERU SCHWARZA GMBH et al.  1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.  2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.    Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:	C08B1/6	C08B1/00							
Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.  2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.    Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:      Ø Grundlage des Berichts     Priorität     Priorität     William Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit   William     Wangelnde Einheitlichkeit der Erfindung   William     Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung   William   Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung   William   Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung   Datum der Ferligstellung dieses Berichts   14/04/2001   14.12.2001	†	J SCI	HWARZA GMBH et al.						
Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:									
und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).  Diese Anlagen umfassen insgesamt Blätter.  3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:  □	2. Dies	er BEI	RICHT umfaßt insgesamt	5 Blätter einschließlich d	ieses Deckblatts.				
Serundlage des Berichts   Priorität   Priorität   Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit   Wangelnde Einheitlichkeit der Erfindung   Wangelnde Einheitlichkeit der Erfindung   Wangelnde Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung   Will Bestimmte angeführte Unterlagen   Will Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung   Will Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung   Datum der Fertigstellung dieses Berichts   14/04/2001   14.12.2001   Mame und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen   Bevollmächtigter Bediensteter   Bevollmächtigter Bediensteter   Bevollmächtigter Bediensteter   Müller, M		und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).							
III		_	•	olgenden Punkten:					
IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung  V ☐ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung  VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen  VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung  VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung  Datum der Einreichung des Antrags  Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14/04/2001  14.12.2001  Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen  Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt  D-80298 München  Müller, M	11		Priorität						
V	Ш		•		erfinderische Täti	gkeit und gewerbliche Anwendbarkeit			
gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung  VI Bestimmte angeführte Unterlagen  VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung  VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung  Datum der Einreichung des Antrags  Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14/04/2001  14.12.2001  Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  Müller, M	IV		MangeInde Einheitlichke	eit der Erfindung					
VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung  Datum der Einreichung des Antrags  Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14/04/2001  14.12.2001  Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  Müller, M	V	×							
VIII □ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung   Datum der Einreichung des Antrags □ Datum der Fertigstellung dieses Berichts   14/04/2001 14.12.2001   Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde: □ Bevollmächtigter Bediensteter   — Europäisches Patentamt D-80298 München Müller, M	VI		Bestimmte angeführte U	Interlagen					
Datum der Einreichung des Antrags  Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14/04/2001  14.12.2001  Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  D-80298 München  Datum der Fertigstellung dieses Berichts  14.12.2001  Bevollmächtigter Bediensteter  Müller, M	VII		Bestimmte Mängel der i	nternationalen Anmeldung					
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  Bevollmächtigter Bediensteter  Müller, M	VIII	VIII   Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung							
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  Bevollmächtigter Bediensteter  Bevollmächtigter Bediensteter	Datum der	Einreid	chung des Antrags	D	atum der Fertigstellu	ng dieses Berichts			
Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München  Müller, M	14/04/20	01		14	1.12.2001				
		auftrag	ten Behörde:	alen vorläufigen Be	evollmächtigter Bedie	ensteter Supplied to Market Ma			
Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465  Tel. Nr. +49 89 2399 8665	<u>)))</u>	D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d  Müller, M							

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

I.	Grundlag d s B richts							
1.	Hinsichtlich der <b>Bestandteile</b> der internationalen Anmeldung ( <i>Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)): <b>Beschreibung, Seiten:</b></i>							
	1-9	)	ursprüngliche Fassung					
	·Pat	tentansprüche, Nr.	:					
	1-1	1	ursprüngliche Fassung					
	Zei	chnungen, Blätter	:					
	1/1		ursprüngliche Fassung					
2.	die	internationale Anmo	ne: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der eldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern hts anderes angegeben ist.					
		Bestandteile stande gereicht; dabei hand	en der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache delt es sich um					
		die Sprache der Ü Regel 23.1(b)).	bersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach					
		die Veröffentlichun	gssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).					
		die Sprache der Ül ist (nach Regel 55.	bersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden .2 und/oder 55.3).					
3.	3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten <b>Nucleotid- und/oder Aminosäuresequ nz</b> ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:							
		in der international	en Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.					
		zusammen mit der	internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.					
☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.								
		bei der Behörde na	achträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.					
			das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den It der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.					
			die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen entsprechen, wurde vorgelegt.					
4.	Aufg	grund der Änderung	en sind folgende Unterlagen fortgefallen:					

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

		Beschreibung,	Seiten:			
		Ansprüche,	Nr.:			
		Zeichnungen,	Blatt:			
5.			en nach Auffa	SSI	ung der Behö	en) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den rde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich )).
		(Auf Ersatzblätter, di beizufügen).	e solche Ändel	rur	ngen enthalte	n, ist unter Punkt 1 hinzuweisen;sie sind diesem Bericht
-6.	Etw	aige zusätzliche Bem	erkungen:			
٧.	_	·	_		` '	ich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der rungen zur Stützung dieser Feststellung
1.	Fest	tstellung				·
	Neu	heit (N)	Ja: Ne		Ansprüche Ansprüche	1-11
	Erfir	nderische Tätigkeit (E	•		Ansprüche Ansprüche	1-11
	Gew	verbliche Anwendbark			Ansprüche Ansprüche	1-11
2.		erlagen und Erklärung ne Beiblatt	jen			

#### zu Punkt V

#### **Zitierte Dokumente**

D1: DE 44 39 149 A (THUERINGISCHES INST TEXTIL) 9. Mai 1996 (1996-05-09)

### Erfinderische Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT)

Beispiel 8 aus D1 offenbart einen Prozeß zur Bildung cellulosischer Formkörper bestehend aus folgenden Schritten:

- (a) Bildung einer Cellulosesuspension aus Zellstoff und wäßriger Phase mit einem Cellulose/Wasser Verhältnis von 1:10 unter Rühren während 1:20-Minuten unter Zusatz von Cellulose-Enzymen,
- (b) Abtrennung der wäßrigen Phase bis zu einem Wassergehalt von 37.5% und Rückführung der abgetrennten wäßrigen Phase in die Stufe (a),
- (d) Zuführen der erhaltenen feuchten Cellulose in einen Doppelschneckenextruder und Zugabe von NMMO in die erste Zone des Doppelschneckenextruders unter Mischung der beiden Komponenten und
- (e) Abdampfen von überschüssigem Wasser im Extruder so daß eine homogene Extrusionslösung erhalten wird.

Wie oben bereits ausgeführt wird Schritt (a) unter Rühren, d. h. Scherung durchgeführt. Hierzu wird auch auf Anspruch 10 verwiesen, wo eine Scherung explizit offenbart wird. Des weiteren wird darauf hingewiesen, daß bei einem Extrusionsprozeß, wie in D1 offenbart, automatisch eine Scherung auftritt. Somit finden auch die in D1 offenbarten Schritte (d) und (e) unter Scherung statt. Der NMMO Gehalt beträgt nach Schritt (d) 78 Gew% und liegt somit im beanspruchten Bereich (dieser Gehalt wurde berechnet aus: Gesamtmenge der Flüssigkeit: 259g/min und NMMO Eintrag: 203 g/min (berechnet aus NMMO/Wasser Eintrag und Molverhältnis NMMO:Wasser)).

Das beanspruchte Verfahren unterscheidet sich somit von dem in D1 offenbarten Verfahren lediglich dadurch, daß in einem in D1 nicht offenbarten Schritt (c) die in Schritt (b) entwässerte Cellulose in einer ersten Scherzone homogenisiert wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, die Lösungsbildung in Schritt (e) zu beschleunigen und durch die aminoxidfreien Stufen (a) und (b) lösliche Begleitstoffe auszuwaschen. Letzteres Problem kann in D1 als gelöst gelten, da die Schritte (a) und

### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT - BEIBLATT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

(b) in diesem Dokument identisch enthalten sind. Desweiteren wird in D1 eine Auflösung der Cellulose bereits nach 5 Minuten erreicht (Beispiel 8), so daß auch das erstgenannte Problem als gelöst gelten kann.

Das objektive Problem der vorliegenden Erfindung besteht somit in der Bereitstellung eines zusätzlichen Verfahrensschrittes, nämlich der Scherung der feuchten Cellulose vor NMMO Zugabe. Die bloße Bereitstellung eines zusätzlichen, in der Lösungstechnologie durchaus üblichen Verfahrensschritt, kann jedoch, ohne daß ein überraschender Effekt nachgewiesen wird, nicht zur erfinderischen Tätigkeit beitragen. Somit mangelt es dem Gegenstand der Ansprüche 1 - 11 an erfinderischer Tätigkeit gegenüber D1.

Der Antrag ist bei der zuständigen mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde oder, wenn zwei oder mehr Behörden zuständig sind, bei de
vom Anmelder gewählten Behörde einzureichen. Der Anmelder kann den Namen oder den Zweibuchstaben-Code der Behörde auf der nachstehenden Zeile ungeben

# **PCT**

KAPITEL II

### ANTRAG AUF INTERNATIONALE VORLÄUFIGE PRÜFUNG

nach Artikel 31 des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens:

Der (die) Unterzeichnete(n) beantragt (beantragen), daß für die nachstehend bezeichnete internationale Anmeldung die internationale vorläufige Prüfung nach dem Vertrag über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens durchgeführt wird und benennt hiermit als ausgewählte Staaten alle auswählbaren Staaten (soweit nichts anderes angegeben).

Von der mit der	internationalen vorläufig	en Prüfung beauftragte	n Behörde auszufüllen		
1	-		Donot de donot de		
In the state of th					
Bezeichnung der IPEA	<del></del>	Eingangsdatum des A	NTRAGS		
			Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts		
Feld Nr. I KENNZEICHNUNG DEI	R INTERNATIONALE	N ANMELDUNG			
Internationales Aktenzeichen	Internationales Anmelde	odeten (Techteration)	ALC 7/PCT		
	Hiternationales Amireta	edatum ( <i>ragimonausanr</i> )	(Frühester) Prioritätstag (Tag/Monat/Jahr)		
PCT/DE 00/03411	29/09/2000		15/10/1999		
Bezeichnung der Erfindung			<u> </u>		
-Verfahren-und Vorrichtung zur kor	ntinuierlichen Herste	llung einer Extrusio	onslösua		
Feld Nr. II ANMELDER					
Name und Anschrift: (Familienname, Vorna	me; bei juristischen Persone	en vollständige amtliche	Telefonnr.:		
Bezeichnung. Bei der A anzugeben.)	Anschrift sind die Postleitzahl	und der Name des Staats			
Alceru Schwarza GmbH			Telefaxnr.:		
Breitscheidstrasse 148			leletaxnr.;		
D-07407 Rudolstadt					
		{	Fernschreibnr.:		
Staatsangehörigkeit (Staat):		Sitz oder Wohnsitz (	Staat):		
Deutschland		Deutschland			
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; b	bei juristischen Personen vollständige	amiliche Bezeichnung. Bei der A.	nschrift sind die Postleitzahl und der Name des Staats unzugeben.)		
		-			
Staatsangehörigkeit (Staat):		Sitz oder Wohnsitz (	Staat):		
		Ì	,		
Name und Anschrift: (Familienname, Vorname; be	ei juristischen Personen vollständige	amtliche Bezeichnung. Bei der Ar	nschrift sind die Postleitrahl und der Nome der Stude annuahen		
Name und Anschrift: (Familienname, Varname; bei juristischen Personen vollständige amtliche Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des Stuats unzugeben.)					
Staatsangehörigkeit (Staat):	1	Sitz oder Wohnsitz (S	Steat).		
Statistical Comments.	ļ	שונב טעטו איטוווטונב (ב	stanty.		
Weitere Anmelder sind auf einem Fortsetzungsblatt angegeben.					

Blass	N-	2	
Blatt	Nr	2	

Internationales Aktenzeichen
PCT/DE 00/03411

Feld Nr. III ANWALT ODER GEMEINSAMER VERTRETER; ODER ZUSTE	LLANSCHRIFT					
Die folgende Person ist X Anwalt gemeinsamer Vertreter						
und ist vom (von den) Anmelder(n) bereits früher bestellt worden und vertritt ihn (sie) auch für die internationale vorläufige Prüfung.						
wird hiermit bestellt; eine etwaige frühere Bestellung eines Anwalts/geme	einsamen Vertreters wird hiermit widerniten					
wird hiermit zusätzlich zu dem bereits früher bestellten Anwalt/gemeinser	nen Vertreter nur für den Verfalen.					
mit der internationalen voraumgen Protung beauftragten Behorde bestellt.						
Name und Anschrift: (Familienname, Varname; bei juristischen Personen vollständige amtliche Bezeichnung. Bei der Anschrift sind die Postleitzahl und der Name des Staats anzugeben.)  Telefoony.:  02242-90 96 78						
Patentanwalt	Telefaxnr.:					
Dr. Thomas Brandenburg	02242-90 97 65					
Frankfurter Str. 68 D-53773 Hennef	Fernschreibnr.:					
Zustellanschrift: Dieses Kästchen ist anzukreuzen, wenn kein Anwalt ode	or gemeinsamer Vertreter bestellt ist und gran					
- dessen-ini-obigen-reid-ente-speziene-Zustenansenrin-angegeben-wird-						
Feld Nr. 1V GRUNDLAGE DER INTERNATIONALEN VORLÄUFIGEN PRÜF	UNG					
Erklärung betreffend Änderungen:*						
1. Der Anmelder wünscht, daß die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage						
der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung						
der Beschreibung in der ursprünglich eingereichten Fassung unter Berücksichtigung der Änderungen nach Artikel 34						
	·					
der Patentansprüche in der ursprünglich eingereichten Fassung						
unter Berücksichtigung der Änderungen nach Artikel 19 (ggf. zusammen mit Begleitschreiben)						
unter Berücksichtigung der Änderungen nach Artikel 34	:					
der Zeichnungen in der ursprünglich eingereichten Fassung						
unter Berücksichtigung der Änderungen nach Artikel 34						
aufgenommen wird.						
2. Der Anmelder wünscht, daß jegliche nach Artikel 19 eingereichte Änderung der Ansprüche als überholt angesehen wird.						
3. Der Anmelder wünscht, daß der Beginn der internationalen vorläufigen Prüfung bis zum Ablauf von 20 Monaten ab dem Prioritätsdatum aufgeschoben wird, sofern die mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde nicht eine Kopie nach Artikel 19 vorgenommener Änderungen oder eine Erklärung des Anmelders erhält, daß er keine solchen Änderungen vornehmen will (Regel 69.1 Absatz d). (Dieses Kästchen darf nur angekreuzt werden, wenn die Frist nach Artikel 19 noch nicht abgelaufen ist.)						
* Wenn kein Kästchen angekreuzt wird, wird mit der internationalen vorläufigen Prüfung auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung begonnen; wenn eine Kopie der Änderungen der Ansprüche nach Artikel 19 und/oder Änderungen der internationalen Anmeldung nach Artikel 34 bei der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde eingeht, bevor diese mit der Erstellung eines schriftlichen Bescheids oder des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts begonnen hat, wird jedoch die geänderte Fassung verwendet.						
Sprache für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung: deutsch	:					
dies ist die Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht wurde.						
dies ist die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Rec	herche eingereicht wurde.					
dies ist die Sprache der Veröffentlichung der internationalen Anmeldung.						
dies ist die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht wurde/wird.						
Feld Nr. V BENENNUNG VON STAATEN ALS AUSGEWÄHLTE STAATEN						
Der Anmelder benennt hiermit als ausgewählte Staaten alle auswählbaren Staaten (das heißt, alle Staaten, die bestimmt wurden und durch Kapitel II gebunden sind) mit Ausnahme der folgenden Staaten, die der Anmelder nicht benennen möchte:						

	Blatt Nr	3	PCT/	DE 00/03411		
Feld Nr. VI KONTROLLISTE				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Dem Antrag liegen folgende Unterlagen für die Zw Prüfung in der in Feld Nr. IV angegebenen Sprac	ecke der interna he bei:	ationalen vorläufigen	Von der mit der inte Prüfung beaustragte	ernationalen vorläufige en Behörde auszufüller		
Übersetzung der internationalen Anmeldung		Blätter	erhalten	nicht erhalten		
Änderungen nach Artikel 34						
3	;	Blätter				
<ol> <li>Kopie (oder, falls erforderlich, Übersetzung) der Änderungen nach Artikel 19</li> </ol>	:	Blätter				
<ol> <li>Kopie (oder, falls erforderlich, Übersetzung) einer Erklärung nach Artikel 19</li> </ol>	:	Blätter				
5. Begleitschreiben	:	Blätter				
6. Sonstige (einzeln aufführen)	:	Blätter				
Dem Antrag liegen außerdem die nachstehend angel	creuzten Unterl	agen_hei:				
1. 🗷 Blatt für die Gebührenberechnung		4. Begründung	g für das Fehlen einer	Unterschrift		
2. 2. unterzeichnete gesonderte Vollmacht		5. Nucleotid-	und/oder Aminosäure computerlesbarer For	sequenz-		
3. Kopie der allgemeinen Vollmacht; Aktenzeichen (falls vorhanden):			zeln aufführen):	rm		
Feld Nr. VII UNTERSCHRIFT DES ANMELD	ERS, ANWAL	TS ODER GEMEIN	SAMEN VERTRET	ERS		
Der Name jeder unterzeichnenden Person ist neben dem Antrag ergibt, in welcher Eigenschaft die Perso	der Unterschrij on unterzeichni	N zu wiederholen, und et.	es ist anzugeben, sof	ern sich dies nicht aus		
Dr. Thomas Brandenburg						
They was a second of the secon						
Von der mit der internationale	en vorläufigen	Prüfung beauftragten l	Behörde auzufüllen			
Datum des tatsächlichen Eingangs des ANTRAC		5	<b></b>			
Geändertes Eingangsdatum des Antrags aufgrund von     BERICHTIGUNGEN nach Regel 60.1 Absatz b:						
3. Eingangsdatum des Antrags NACH Ablauf von 19 Monaten ab Prioritätsdatum; Punkt 4 und Punkt 5, unten, finden keine Anwendung.						
4. Eingangsdatum des Antrags INNERHALB 19 Monate ab Prioritätsdatum wegen Fristverlängerung nach Regel 80.5.						
5. Das Eingangsdatum des Antrags liegt nach Ablauf von 19 Montaten ab Prioritätsdatum, der verspätete Eingang ist aber nach Regel 82 ENTSCHULDIGT.						
Vom Is	nternationalen 1	Büro auszufüllen				

Antrag vom IPEA erhalten am:

# **PCT**

### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts	WEITERES siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit						
Alc 7/PCT	VORGEHEN	zutreffend, nachsteher	nder Punkt 5				
Internationales Aktenzeichen	Internationales Anmel (Tag/Monat/Jahr)	dedatum	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)				
PCT/DE 00/03411	29/09/2	000	15/10/1999				
Anmelder			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
ALCERU SCHWARZA GMBH et al.							
Dieser internationale Recherchenbericht wurd Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Int			rstellt und wird dem Anmelder gemäß				
Dieser internationale-Recherchenbericht-umfa	aßt-insgesamt <u>02</u>	Blätter.					
X Darüber hinaus liegt ihm jev	veils eine Kopie der in di	esem Bericht genannten	Unterlagen zum Stand der Technik bei.				
Grundlage des Berichts							
a. Hinsichtlich der Sprache ist die Inte	rnationale Recherche au	f der Grundlage der Inte	rnationalen Anmeldung in der Sprache				
durchgeführt worden, in der sie eing	•						
Die internationale Recherch Anmeldung (Regel 23.1 b))	e ist auf der Grundlage ( durchgeführt worden.	einer bei der Behörde ei	ngereichten Übersetzung der internationalen				
b. Hinsichtlich der in der internationale     Recherche auf der Grundlage des S			Aminosăuresequenz ist die internationale				
in der internationalen Anme		-					
zusammen mit der internation	onalen Anmeldung in co	nputerlesbarer Form ein	gereicht worden ist.				
bei der Behörde nachträglic		•	1-4				
bei der Behörde nachträglic	•	-	ist. oll nicht über den Offenbarungsgehalt der				
internationalen Anmeldung							
Die Erklärung, daß die in co wurde vorgelegt.	mputeriesbarer Form er	aßten Informationen der	m schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen,				
2. Bestimmte Ansprüche hal	oen sich als nicht rech	erchierbar erwiesen (si	ehe Feld I).				
3. Mangelnde Einheitlichkeit	der Erfindung (siehe F	eld II).					
4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfin wird der vom Anmelder eine	•	miat					
wurde der Wortlaut von der		•					
5. Hinsichtlich der Zusammenfassung							
wird der vom Anmelder eing	ereichte Wortlaut geneh	migt.					
wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.							
6. Folgende Abbildung der Zeichnungen i	st mit der Zusammenfas	sung zu veröffentlichen:	Abb. Nr1				
wie vom Anmelder vorgesch	nlagen		keine der Abb.				
weil der Anmelder selbst kei							
weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.							

# INTERNATIONA' TR RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen PCT/DE 00/03411

A. KLASSIF IPK 7	TZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES C08B1/00 D01F2/00 D01D1/02 //C08L1:02	CO8J5/18 CO8L	1/02
Nach der Int	ernationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klass	sifikation und der IPK	
	ACHIERTE GEBIETE		
Recherchier IPK 7	ter Mindestprütstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbol C08B D01F D01D C08J C08L	e )	
D. at a sabia a	te aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sow	voit diese unter die recherchierten Gehiete	fallen
Hecherchier	le aber nicht zum Milidessprüfston genorende Veronentilichungen, so.	The second secon	
Während de	r Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Na	ame der Datenbank und evtl. verwendete S	Suchbegriffe)
EPO-In	ternal, WPI Data, PAJ	v	
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe	der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
P,Y	WO 00 09563 A (BLECH MARCO ;KAGAL		1-11
	(DE); KIND UWE (DE); ALCERU SCHWA	RZA G)	
	24. Februar 2000 (2000-02-24) das ganze Dokument		
	& DE 198 37 210 C		
	11. November 1999 (1999-11-11) in der Anmeldung erwähnt		
Υ	DE 44 39 149 A (THUERINGISCHES IN	ST	1-11
•	TEXTIL) 9. Mai 1996 (1996-05-09) das ganze Dokument		
Α	WO 96 33302 A (CHEMIEFASER LENZIN	G AG)	1-11
,,	24. Oktober 1996 (1996-10-24)	- ····,	
	in der Anmeldung erwähnt		
	das ganze Dokument		
	ere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu ehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie	
	,g.	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach den oder dem Prioritätsdatum veröffentlich	n Internationalen Anmeldedatum t worden ist und mit der
aber n	ntlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definieri, icht als besonders bedeutsam anzusehen ist	Anmeldung nicht kollidiert, sondern nu Erfindung zugrundeliegenden Prinzips	
Anmel		Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bede	
echoir.	ntlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zwelfelhaft er- en zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer	kann allein aufgrund dieser Veröffentli erfinderischer Tätigkeit beruhend betr	achtet werden
soll od	en im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden Ier die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie	kann nicht als auf erfinderischer Tätigl	ceit beruhend betrachtet
ausge 'O' Veröffe	iunn) nutichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, ienutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht	werden, wenn die Veröffentlichung mit Veröffentlichungen dieser Kategorie in diese Verbindung für einen Fachmann	Verbindung gebracht wird und
P' Veröffe		*&* Veröffentlichung, die Mitglied derselbei	-
	Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Re	echerchenberlchts
2	3. Februar 2001	02/03/2001	
Name und f	Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter	
	Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk		_
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Tarrida Torrell,	J

2

## INTERNATIONA' 7 RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Verö

nationales Aktenzeichen
PCT/DE 00/03411

					101702	00/03411
	echerchenberich tes Patentdoku		Datum der Veröffentlichung		litglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO	0009563	Α	24-02-2000	DE	19837210 C	11-11-1999
DE	4439149	Α	09-05-1996	AT	176010 T	15-02-1999
1				CA	2204412 A	17-05-1996
				WO	9614451 A	17-05-1996
				DE	59504933 D	04-03-1999
				EP	0789790 A	20-08-1997
				US	5792399 A	11-08-1998
WO	9633302	Α	24-10-1996	AT	402411 B	26-05-1997
				AT	67495 A	15-09-1996
				AT	156526 T	15-08-1997
				· AU	697242 B	01-10-1998
1				AU	5260296 A	07-11-1996
				BG	101062 A	30-04-1999
				BR	9606330 A	18-11-1997
				CA	2192437 A	24-10-1996
				CN	1157012 A	13-08-1997
				.CZ	.9603565A	17=06=1998
				DE	19680249 D	27-11-1997
				DE	59600017 D	11-09-1997
+	:	47.15.	<del></del> .	EP	0765407-A-	02-04-1997
				ES	2105918 T	16-10-1997
ļ				GB	2303099 A	12-02-1997
1				GR	3025098 T	30-01-1998
}				HK	1001593 A	26-06-1998
				HU	9603505 A	29-11-1999
				JP	10508914 T	02-09-1998
1				NO	965443 A	18-12-1996
				PL	317725 A	28-04-1997
				SI	765407 T	28-02-1998
ŀ				SK	160696 A	06-08-1997
ŀ				TR	960954 A	21-11-1996
			•	US	5603883 A	18-02-1997
				ZA	9602931 A	20-08-1996
ı						

### VERTRAG U" CH DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTVIESE. ...

Absender:

MIT DER INTERNATIONALEN VORLÄUFIGEN PRÜFUNG BEAUFTRAGTE BEHÖRDE

An:

BRANDENBURG, Thomas Dr.

Frankfurter Str. 68 D-53773 Hennef ALLEMAGNE PCT

MITTEILUNG ÜBER DIE ÜBERSENDUNG DES INTERNATIONALEN VORLÄUFIGEN PRÜFUNGSBERICHTS

(Regel 71.1 PCT)

Absendedatum

(Tag/Monat/Jahr)

14.12.2001

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts

ALC 7/PCT

WICHTIGE MITTELLUNG

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 29/09/2000

Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)

15/10/1999

Anmelder

ALCERU SCHWARZA GMBH et al.

- 1. Dem Anmelder wird mitgeteilt, daß ihm die mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragte Behörde hiermit den zu der internationalen Anmeldung erstellten internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, gegebenenfalls mit den dazugehörigen Anlagen, übermittelt.
- 2. Eine Kopie des Berichts wird gegebenenfalls mit den dazugehörigen Anlagen dem Internationalen Büro zur Weiterleitung an alle ausgewählten Ämter übermittelt.
- 3. Auf Wunsch eines ausgewählten Amts wird das Internationale Büro eine Übersetzung des Berichts (jedoch nicht der Anlagen) ins Englische anfertigen und diesem Amt übermitteln.

#### 4. ERINNERUNG

Zum Eintritt in die nationale Phase hat der Anmelder vor jedem ausgewählten Amt innerhalb von 30 Monaten ab dem Prioritätsdatum (oder in manchen Ämtern noch später) bestimmte Handlungen (Einreichung von Übersetzungen und Entrichtung nationaler Gebühren) vorzunehmen (Artikel 39 (1)) (siehe auch die durch das Internationale Büro im Formblatt PCT/IB/301 übermittelte Information).

Ist einem ausgewählten Amt eine Übersetzung der internationalen Anmeldung zu übermitteln, so muß diese Übersetzung auch Übersetzungen aller Anlagen zum internationalen vorläufigen Prüfungsbericht enthalten. Es ist Aufgabe des Anmelders, solche Übersetzungen anzufertigen und den betroffenen ausgewählten Ämtern direkt zuzuleiten.

Weitere Einzelheiten zu den maßgebenden Fristen und Erfordernissen der ausgewählten Ämter sind Band II des PCT-Leitfadens für Anmelder zu entnehmen.

Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde

Europäisches Patentamt D-80298 München

Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d

Fax: +49 89 2399 - 4465

Bevollmächtigter Bediensteter

Aperribay, I

Tel. +49 89 2399-8154



## VERTRAGEBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

## INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeich	en des Anmelders oder Anwalts	1	-1-L - APIN-9
ALC 7/P		WEITERES VORGEHEN	slehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)
Internation	ales Aktenzeichen	Internationales Anmeldedatum(Ta	ng/Monat/Jahr) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag)
PCT/DE	00/03411	29/09/2000	15/10/1999
International C08B1/0	ale Patentklassifikation (IPK) oder O	nationale Klassifikation und IPK	
Anmelder ALCERU	SCHWARZA GMBH et al.		
		fungsbericht wurde von der mit elder gemäß Artikel 36 übermitt	der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten elt.
2. Diese	r BERICHT umfaßt insgesamt	5 Blätter einschließlich dieses	Deckblatts.
u	nd/oder Zeichnungen, die geä	indert wurden und diesem Beric	sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen ht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).
	Anlagen umfassen insgesam		· ,
3. Diese	r Bericht enthält Angaben zu f	olgenden Punkten:	
ı	☐ Grundlage des Berichts	<b>.</b>	
H	☐ Priorität		
111	☐ Keine Erstellung eines	Gutachtens über Neuheit, erfind	erische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
IV	Mangelnde Einheitlichke	eit der Erfindung	
٧	Begründete Feststellung gewerblichen Anwendb	g nach Artikel 35(2) hinsichtlich arkeit; Unterlagen und Erklärung	der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gen zur Stützung dieser Feststellung
VI	☐ Bestimmte angeführte L	=	5
VII	☐ Bestimmte Mängel der i	nternationalen Anmeldung	
VIII	☐ Bestimmte Bemerkunge	en zur internationalen Anmeldun	g
Datum der E	inreichung des Antrags	Datum d	er Fertigstellung dieses Berichts
14/04/200	11	14.12.20	001
	lostanschrift der mit der internatior uftragten Behörde:	nalen vorläufigen Bevollmå	achtigter Bediensteter
<b>)</b>	Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656	epmu d Müller,	M Was so the state of the state
	Fax: +49 89 2399 - 4465	Tol No.	10 80 2300 8665

### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER **PRÜFUNGSBERICHT**

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

I.	Grundlage des Beric	hts
1.	Aufforderung nach Art	ndteile der internationalen Anmeldung (Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine likel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich ihm nicht beigefügt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)): n:
	1-9	ursprüngliche Fassung
	Patentansprüche, Nr.	:
	1-11	ursprüngliche Fassung
	Zeichnungen, Blätter	:
	1/1	ursprüngliche Fassung
2.	die internationale Anm	he: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der eldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern chts anderes angegeben ist.
	Die Bestandteile stand eingereicht; dabei hand	en der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache delt es sich um

3.	Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz ist die
	internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).

☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach

die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden

in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

Regel 23.1(b)).

ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE00/03411

		Beschreibung,	Seiten:			
		Ansprüche,	Nr.:			
		Zeichnungen,	Blatt:			
5.			len nach Auff	assı	ung der Behö	en) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den de über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich
		(Auf Ersatzblätter, di beizufügen).	ie solche Änd	erur	ngen enthaltei	n, ist unter Punkt 1 hinzuweisen;sie sind diesem Bericht
6.	Etw	aige zusätzliche Bem	erkungen:			
٧.						ich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und de rungen zur Stützung dieser Feststellung
1.	Fes	tstellung				
	Neu	iheit (N)		a: lein:	Ansprüche Ansprüche	1-11
	Erfi	nderische Tätigkeit (E		a: lein:	Ansprüche Ansprüche	1-11
	Gev	verbliche Anwendbark		a: lein:	Ansprüche Ansprüche	1-11
2.		erlagen und Erklärung ne Beiblatt	gen		•	•

#### zu Punkt V

#### **Zitierte Dokumente**

D1: DE 44 39 149 A (THUERINGISCHES INST TEXTIL) 9. Mai 1996 (1996-05-09)

#### Erfinderische Tätigkeit (Artikel 33(3) PCT)

Beispiel 8 aus D1 offenbart einen Prozeß zur Bildung cellulosischer Formkörper bestehend aus folgenden Schritten:

- (a) Bildung einer Cellulosesuspension aus Zellstoff und wäßriger Phase mit einem Cellulose/Wasser Verhältnis von 1:10 unter Rühren während 120 Minuten unter Zusatz von Cellulose-Enzymen,
- (b) Abtrennung der wäßrigen Phase bis zu einem Wassergehalt von 37.5% und Rückführung-der-abgetrennten wäßrigen Phase in die Stufe (a),
- (d) Zuführen der erhaltenen feuchten Cellulose in einen Doppelschneckenextruder und Zugabe von NMMO in die erste Zone des Doppelschneckenextruders unter Mischung der beiden Komponenten und
- (e) Abdampfen von überschüssigem Wasser im Extruder so daß eine homogene Extrusionslösung erhalten wird.

Wie oben bereits ausgeführt wird Schritt (a) unter Rühren, d. h. Scherung durchgeführt. Hierzu wird auch auf Anspruch 10 verwiesen, wo eine Scherung explizit offenbart wird. Des weiteren wird darauf hingewiesen, daß bei einem Extrusionsprozeß, wie in D1 offenbart, automatisch eine Scherung auftritt. Somit finden auch die in D1 offenbarten Schritte (d) und (e) unter Scherung statt. Der NMMO Gehalt beträgt nach Schritt (d) 78 Gew% und liegt somit im beanspruchten Bereich (dieser Gehalt wurde berechnet aus: Gesamtmenge der Flüssigkeit: 259g/min und NMMO Eintrag: 203 g/min (berechnet aus NMMO/Wasser Eintrag und Molverhältnis NMMO:Wasser)).

Das beanspruchte Verfahren unterscheidet sich somit von dem in D1 offenbarten Verfahren lediglich dadurch, daß in einem in D1 nicht offenbarten Schritt (c) die in Schritt (b) entwässerte Cellulose in einer ersten Scherzone homogenisiert wird.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, die Lösungsbildung in Schritt (e) zu beschleunigen und durch die aminoxidfreien Stufen (a) und (b) lösliche Begleitstoffe auszuwaschen. Letzteres Problem kann in D1 als gelöst gelten, da die Schritte (a) und

(b) in diesem Dokument identisch enthalten sind. Desweiteren wird in D1 eine Auflösung der Cellulose bereits nach 5 Minuten erreicht (Beispiel 8), so daß auch das erstgenannte Problem als gelöst gelten kann.

Das objektive Problem der vorliegenden Erfindung besteht somit in der Bereitstellung eines zusätzlichen Verfahrensschrittes, nämlich der Scherung der feuchten Cellulose vor NMMO Zugabe. Die bloße Bereitstellung eines zusätzlichen, in der Lösungstechnologie durchaus üblichen Verfahrensschritt, kann jedoch, ohne daß ein überraschender Effekt nachgewiesen wird, nicht zur erfinderischen Tätigkeit beitragen. Somit mangelt es dem Gegenstand der Ansprüche 1 - 11 an erfinderischer Tätigkeit gegenüber D1.



	From the INTERNATIO	NAL BUREAU
PCT	То:	
NOTIFICATION RELATING TO PRIORITY CLAIM		
(PCT Rules 26bis.1 and 26bis.2 and Administrative Instructions, Sections 402 and 409)		©mas EINGEGANGEN 0 5. März 2001
Date of mailing (day/month/year) 22 February 2001 (22.02.01)		PATENTANWALT Dr. Brandenburg
Applicant's or agent's file reference Alc 7/PCT	IMPORTAN	TNOTIFICATION
International application No. PCT/DE00/03411	International filing date (day/ 29 September 2000 (	• •
Applicant		
ALCERU SCHWARZA GMBH et al	······································	
The applicant is hereby notified of the following in respect of the	e priority claim(s) made in the in	ternational application:
1. Correction of priority claim. In accordance with the application of the following priority claim has been corrected to read as DE 15 Octobe    even though the indication of the number of the earlice even though the following indication in the priority claim the priority document:  2. Addition of priority claim. In accordance with the applicant the following priority claim has been added:    even though the indication of the number of the earlice even though the following indication in the priority claim the priority document:  3. As a result of the correction and/or addition of (a) priority  4. Priority claim considered not to have been made.    The applicant failed to respond to the Invitation under the applicant's notice was received after the expiration. The applicant may, before the technical preparations for payment of a fee, request the International Bureau to pub concerning the priority claim. See Rule 26bis.2(c) and the second concerning the priority claim. See Rule 26bis.2(c) and the second concerning the priority claim.	s follows: r 1999 (15.10.99) 199 49 72 er application is missing. aim is not the same as the corres nt's notice received on: , er application is missing. aim is not the same as the corres claim(s) under items 1 and/or 2, r Rule 26bis 2(a) (Form PCT/IB/31) on of the prescribed time limit un im so as to comply with the requ international publication have be lish, together with the internation PCT Applicant's Guide, Volume I	conding indication appearing sponding indication appearing the (earliest) priority date is:  6) within the prescribed time limit. der Rule 26bis.1(a), irements of Rule 4.10. en completed and subject to the nal application, information, Annex B2(IB).
6. A copy of this notification has been sent to the receiving Offic $\boxed{X}$ to the International Searching Authority (where the intern $\boxed{X}$ the designated Offices (which have already been notified	ational search report has not yet	
the International Rureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer	loyse (

Telephone Dn 141 111 188 83 38

Tanggraph (17,221,19,11,35) Tanggraph (17,221,19,11,35)

003857473

# PATENT COOPERATION TO ATY

#### From the INTERNATIONAL BUREAU

**PCT** 

#### NOTIFICATION CONCERNING SUBMISSION OR TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

BRANDENBURG, Thomas Frankfurter Strasse 68 53773 Hennef ALLEMAGNE

Date of mailing (day/month/year)  22 February 2001 (22.02.01)	
Applicant's or agent's file reference Alc 7/PCT	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/DE00/03411	International filing date (day/month/year) 29 September 2000 (29.09.00)
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 15 October 1999 (15.10.99)
Applicant ALCERU SCHWARZA GMBH et al	

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the
  International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise
  indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority
  document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- 2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- 3. An asterisk(\*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- 4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Priority date	Priority application No.	Country or regional Office or PCT receiving Office	Date of receipt of priority document
15 Octo 1999 (15.10.99)	199 49 720.6	DE	19 Dece 2000 (19.12.00)

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Anthonized officer

Ellen Mayse

1-doph in a No. 141 (21) 3 48 83 38



Europainio No. (41-22) 740.11.35

DAIT

# VERTRÜBER DIE INTERNATIONALE ZAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

#### INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts		siehe Mitteilung über d Recherchenberichts (F	ie Übermittlung des internationalen ormblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit			
Alc 7/PCT	VORGEHEN	zutreffend, nachstehen	der Punkt 5			
Internationales Aktenzeichen	Internationales Anmelde (Tag/Monat/Jahr)		(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr)			
PCT/DE 00/03411	29/09/20	00	15/10/1999			
Anmelder ALCERU SCHWARZA GMBH et al.			·			
Dieser internationale Recherchenbericht wurd Artikel 18 ü <u>bermitt</u> elt. Eine Kopie wird <u>dem</u> Int	e von der Internationalen ernationalen Büro <u>übermit</u>	Recherchenbehörde ei <u>tel</u> t.	rstellt und wird dem Anmelder gemäß			
Dieser internationale Recherchenbericht umfa  X  Darüber hinaus liegt ihm jew		Blätter. em Bericht genannten	Unterlagen zum Stand der Technik bei.			
Grundlage des Berichts		<u> </u>				
<ul> <li>a. Hinsichtlich der Sprache ist die inter durchgeführt worden, in der sie einge</li> </ul>	nationale Recherche auf dereicht wurde, sofern unte	der Grundlage der inter r diesem Punkt nichts	nationalen Anmeldung in der Sprache anderes angegeben ist.			
Die internationale Recherche Anmeldung (Regel 23.1 b)) o	e ist auf der Grundlage eir durchgeführt worden.	er bei der Behörde ein	gereichten Übersetzung der internationalen			
Recherche auf der Grundlage des S	equenzprotokolls durchge	führt worden, das	Aminosäuresequenz ist die internationale			
in der internationalen Anmek	•					
zusammen mit der internatio			gereicht worden ist.			
bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.  bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.						
	träglich eingereichte schri	ftliche Sequenzprotoko	oll nicht über den Offenbarungsgehalt der			
	•		n schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen,			
2. Bestimmte Ansprüche hab	en sich als nicht recher	c <b>hierbar erwiesen</b> (sie	ehe Feld I).			
3. Mangelnde Einheitlichkeit	der Erfindung (siehe Feld	d II).				
4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfind	dung					
X wird der vom Anmelder einge	ereichte Wortlaut genehmi	gt.				
wurde der Wortlaut von der E	Behörde wie folgt festgese	tzt:				
5. Hinsichtlich der <b>Zusammenfassung</b>						
wird der vom Anmelder einge wurde der Wortlaut nach Reg Anmelder kann der Behörde Recherchenberichts eine Ste	gel 38.2b) in der in Feld III innerhalb eines Monats na	angegebenen Fassun	g von der Behörde festgesetzt. Der sendung dieses internationalen			
6. Folgende Abbildung der <b>Zeichnungen</b> is	t mit der Zusammenfassu	ng zu veröffentlichen:	Abb. Nr			
Wie vom Anmelder vorgeschl			keine der Abb.			
weil der Anmelder selbst keir						
weil diese Abbildung die Erfir	iaung besser kennzeichne	<b>∍</b> ī.				

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/DE 00/03411

a. Klassifizierung des anmeldungsgegenstandes IPK 7 C08B1/00 D01F2/00 D01D1/02 C08J5/18 C08L1/02 //C08L1:02 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK **B. RECHERCHIERTE GEBIETE** Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 C08B D01F D01D C08J Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, PAJ C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Kategorie Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden "l'eile Betr. Anspruch Nr. WO 00 09563 A (BLECH MARCO ; KAGALOWSKI LEO P,Y 1 - 11(DE); KIND UWE (DE); ALCERU SCHWARZA G) 24. Februar 2000 (2000-02-24) das ganze Dokument & DE 198 37 210 C 11. November 1999 (1999-11-11) in der Anmeldung erwähnt Y DE 44 39 149 A (THUERINGISCHES INST 1 - 11TEXTIL) 9. Mai 1996 (1996-05-09) das ganze Dokument WO 96 33302 A (CHEMIEFASER LENZING AG) Α 1 - 1124. Oktober 1996 (1996-10-24) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu Siehe Anhang Patentfamilie entnehmen \*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationaleri Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen \*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "E" ätteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach \*&\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist em beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 23. Februar 2001 02/03/2001 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Bevollmächtigter Bediensteter Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016 Tarrida Torrell, J

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

nation on patent family members

ernational Application No

Patent document		Publication	<del></del>	Patent family	Publication
cited in search repor	t	date		member(s)	date
WO 0009563	Α	24-02-2000	DE	19837210 C	11-11-1999
DE 4439149	Α	09-05-1996	AT	176010 T	15-02-1999
			CA	2204412 A	17-05-1996
			WO	9614451 A	17-05-1996
			DE	59504933 D	04-03-1999
			EP	0789790 A	20-08-1997
			US	5792399 A	11-08-1998
WO 9633302	A	24-10-1996	<b></b> _AT	402411 B	26-05-1997
			AT	67495 A	15-09-1996
			AT	156526 T	15-08-1997
			AU	697242 B	01-10-1998
			AU	5260296 A	07-11-1996
			BG	101062 A	30-04-1999
			BR	9606330 A	18-11-1997
			CA	2192437 A	24-10-1996
			CN	1157012 A	13-08-1997
			CZ	9603565 A	17-06-1998
			DE	19680249 D	27-11-1997
			DE	59600017 D	11-09-1997
			EP	0765407 A	02-04-1997
			ES	2105918 T	16-10-1997
			GB	2303099 A	12-02-1997
			GR	3025098 T	30-01-1998
			HK	1001593 A	26-06-1998
			HU	9603505 A	29-11-1999
			JP	10508914 T	02-09-1998
			NO	965443 A	18-12-1996
			PL	317725 A	28-04-1997
			SI	765407 T	28-02-1998
			SK	160696 A	06-08-1997
			TR	960954 A	21-11-1996
			US	5603883 A	18-02-1997
			ZA	9602931 A	20-08-1996

SUPPLEMENTARY SHEET

International application No. PCT/DE00/03411

#### To point V

Document cited

D1: DE 44 39 149 A (THUERINGISCHES INST TEXTIL) May 9, 1996 (05/09/96)

Inventive step (Article 33(3) PCT)

Example 8 from D1 describes a process for forming cellulosic molded bodies comprising the following steps:

- (a) formation of a cellulose suspension from pulp and aqueous phase having a cellulose/water ratio of 1:10 with stirring for 120 minutes and the addition of cellulose enzymes,
- (b) separation of the aqueous phase until a water content of 37.5 % is reached and recycling of the separated aqueous phase in step (a),
- (d) feeding of the damp cellulose obtained into a double screw extruder and addition of NMMO in the first zone of the double screw extruder with mixing of the components, and
- (e) evaporation of excess water in the extruder so that a homogenous extrusion solution is obtained.

As already noted above, step (a) is performed with stirring, i.e. shearing. Refer to Claim 10 in this connection, where shearing is explicitly described. Furthermore, it is noted that during an extrusion process, such as that described in D1, shearing automatically

occurs. Therefore, steps (d) and (e) described in D1 also occur with shearing. The NMMO content is 78 weight-percent after step (d) and thus lies in the claimed range (this content was calculated from: total amount of the liquid: 259 g/minutes and NMMO added: 203 g/minutes (calculated from NMMO/water added and mol ratio NMMO:water)).

The method claimed therefore differs from the method described in D1 only in that in a step (c) not described in D1, the cellulose drained in step (b) is homogenized in a first shear zone.

The object of the present invention is to accelerate the formation of solution in step (e) and to wash out the soluble attendant materials by the amino oxide-free steps (a) and (b). The latter steps may be viewed as solved in D1, since steps (a) and (b) are contained identically in this document. Furthermore, solution of the cellulose is achieved after 5 minutes in D1 (example 8), so that the first problem described may also be seen as solved.

The objective problem of the present invention is therefore the provision of an additional method step, specifically the shearing of the damp cellulose before the addition of NMMO. The mere provision of an additional method step, which is completely typical in solution technology, may not, however, contribute to the inventive step without a surprising effect being proved. Therefore, the object of Claims 1 - 11 lacks an inventive step relative to D1.

## PATENT COOPERATION T. .ATY

	From the INTERNATIONAL BUREAU
PCT	То:
NOTIFICATION RELATING TO PRIORITY CLAIM	
(PCT Rules 26bis.1 and 26bis.2 and Administrative Instructions, Sections 402 and 409	BRANDENBURG, Thomas Frankfurter Strasse 68 53773 Hennef ALLEMAGNE
Date of mailing (day/month/year) 22 February 2001 (22.02.01)	
Applicant's or agent's file reference Alc 7/PCT	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/DE00/03411	International filing date (day/month/year) 29 September 2000 (29.09.00)
Applicant	
ALCERU_SCHWARZA GMBH et al	
The applicant is hereby notified of the following in respect of the priority claim(s) made in the international application.	
The applicant is hereby notified of the following in respect of the priority claim(s) made in the international application.  1. Correction of priority claim. In accordance with the applicant's notice received on: 18 January 2001 (18.01.01), the following priority claim has been corrected to read as follows:  DE 15 October 1999 (15.10.99) 199 49 720.6  even though the indication of the number of the earlier application is missing.  even though the following indication in the priority claim is not the same as the corresponding indication appearing in the priority document:  2. Addition of priority claim. In accordance with the applicant's notice received on: , the following priority claim has been added:  even though the indication of the number of the earlier application is missing.  even though the following indication in the priority claim is not the same as the corresponding indication appearing in the priority document:  3. As a result of the correction and/or addition of (a) priority claim(s) under items 1 and/or 2, the (earliest) priority date is:  4. Priority claim considered not to have been made.  The applicant failed to respond to the Invitation under Rule 26bis.2(a) (Form PCT/IB/316) within the prescribed time limit.  The applicant's notice was received after the expiration of the prescribed time limit under Rule 26bis.1(a).  The applicant's notice failed to correct the priority claim so as to comply with the requirements of Rule 4.10.  The applicant's notice failed to correct the priority claim so as to comply with the requirements of Rule 4.10.  The applicant's notice failed to correct the priority claim so as to comply with the requirements of Rule 4.10.  The applicant's notice failed to correct the priority claim so as to comply with the requirements of Rule 4.10.  The applicant's notice failed to correct the priority claim so as to comply with the international application, information concerning the priority claim. See Rule 26bis.2(c) and the PCT Applicant's Guides Volume I, Annex B2(IB).	
6. A copy of this notification has been sent to the receiving Office and  X to the International Searching Authority (where the international search report has not yet been issued).  X the designated Offices (which have already been notified of the receipt of the record copy).	
The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Ellen Moyse
Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Telephone No. (41-22) 338.83.38

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



# 

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 19. April 2001 (19.04.2001)

**PCT** 

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 01/27161 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7: C08B 1/00, D01F 2/00, D01D 1/02, C08J 5/18, C08L 1/02 // 1:02

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/DE00/03411

(22) Internationales Anmeldedatum:

29. September 2000 (29.09.2000)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

199 49 720.6

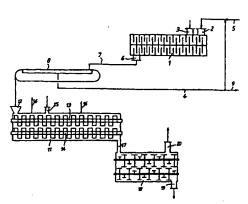
15. Oktober 1999 (15.10.1999) DE

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): ALCERU SCHWARZA GMBH [DE/DE]; Breitscheidstrasse 148, 07407 Rudolstadt (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BAUER, Ralf-Uwe [DE/DE]; Am Anger 9, 07407 Rudolstadt (DE). KIND, Uwe [DE/DE]; Kastanienring 37, 07407 Rudolstadt (DE).
- (74) Anwalt: BRANDENBURG, Thomas; Frankfurter Strasse 68, 53773 Hennef (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CONTINUALLY PRODUCING AN EXTRUSION SOLUTION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR KONTINUIERLICHEN HERSTELLUNG EINER EXTRUSI-ONSLÖSUNG



(57) Abstract: The invention relates to a method for continually producing an extrusion solution for producing cellulosed shaped bodies, such as fibres and films, according to the lyocell method. According to the inventive method, (a) a cellulose suspension is produced from cellulose and an aqueous phase in a mass ratio ranging from 1:3 to 1:40, whereby shearing is maintained for between 5 to 200 minutes. (b) The cellulose suspension is dewatered to form a material having a cellulose content ranging from 20 to 80 mass % and the aqueous phase produced thereby is at least partially returned to step (a). (c) The humid cellulose material being homogenised is transported through a first shearing zone in the absence of N-methylmorpholine-N-oxide. (d) The cellulose material is transported through a second shearing zone after sufficient aqueous N-Methyl-morpholine-N-oxide has been added to the homogenised cellulose material so that, after mixing, a suspension having a N-Methylmorpholine-N-oxide content ranging from 70 to 80 mass % in the liquid phase is obtained. The cellulose material or the suspension completely fills in the available cross-section of transport in the shearing zones and (e) the produced cellulose suspension being sheared is converted into the extrusion solution in aqueous N-Methylmorpholine-N-oxide, whereby water evaporates.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung für die Bildung cellulosischer Form-körper, wie Fasern und Folien, nach dem Lyocellverfahren, bei dem man (a) aus Zellstoff und einer wässrigen Phase in einem Masseverhältnis in dem Bereich von 1:3 bis 1:40 eine Cellulosesuspension bildet und unter Scherung einen Zeitraum in dem Bereich von 5 bis 200 Minuten aufrechterhält, (b) die Cellulosesuspension

7O 01/27161 A1

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 01/27161 PCT/DE00/03411

### Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung für die Bildung cellulosischer Formkörper, wie Fasern und Folien, nach dem Lyocellverfahren. Die Erfindung betrifft auch eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Aus WO 94/28217 ist ein diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer Suspension von Cellulose in wässrigem Aminoxid bekannt. Hierbei werden zerkleinerte Cellulose und eine Aminoxid-lösung in einer horizontalen Mischkammer durch einen Rotor mit radialen Rührelementen gemischt. Als Zeitdauer für eine Charge ist 21 Minuten angegeben. Diese Arbeitsweise ist nachteilig, weil wegen der kontinuierlichen Beaufschlagung der folgenden Lösestufe zwei solche Mischkammern betrieben werden müssen. Außerdem ist die vollständige Entleerung der Mischkammern mit Schwierigkeiten verbunden.

Aus WO 96/33302 ist ein halbkontinuierliches Verfahren zur Bildung einer Celluloselösung bekannt. Dabei wird zunächst eine Suspension der Cellulose in Aminoxidlösung gebildet, aus der vor der Bildung der Celluloselösung in einem separaten Apparat Wasser verdampft wird. Nachteilig ist hierbei, daß die Zellstoffaktivierung in der wässrigen Aminoxidlösung begrenzt ist und eine beson-

dere thermische Stufe für die Konzentrierung erforderlich ist. Die löslichen Bestandteile des Zellstoffs gelangen in die Spinnlösung und können zu nachteiligen Eigenschaften der Celluloseprodukte führen.

Ferner ist es aus WO 96/33221 bekannt, eine Cellulosesuspension in wässrigem N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) herzustellen, indem die zerkleinerte Cellulose in einem Ringschichtmischer direkt mit dem wässrigen, z.B. 75 Masse-%igen NMMO gemischt wird. Die gebildete Suspension wird in einem separaten Filmtruder zur Lösung gebracht. Bei dem Ringschichtmischer ist nachteilig, daß nur eine zerkleinerte, im wesentlichen trockene Cellulose eingesetzt werden kann. Ist die Cellulose wasserhaltig, wird die Schichtbildung in dem Mischer und die Vermischung mit der getrennt zugegebenen NMMO-Lösung erschwert. Das Wasser muß auch hier thermisch abgetrennt werden. Es bestehen die gleichen Nachteile wie bei dem in WO 96/33302 beschriebenen Verfahren. Da die Suspension als Schicht transportiert wird, ist der auf den Apparatequerschnitt bezogene Durchsatz gering.

Aus DE 198 37 210.8 ist es bekannt, den Zellstoff vor der Bildung einer homogenen Suspension in Aminoxidlösung in Wasser zu suspendieren und nach einer bestimmten Zeit wieder teilweise von dem Suspensionsmittel zu trennen. Eine Kreislaufführung des Suspensionsmittels ist nicht beschrieben.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung für die Bildung cellulosischer Formkörper nach dem Lyocellverfahren zu schaffen, bei dem der eingesetzte Zellstoff aktiviert wird, so daß seine Löslichkeit und Lösegeschwindigkeit erhöht wird. Darüber hinaus sollen lösliche Verunreinigungen des Zellstoffs im Verfahren teilweise abgetrennt werden, so daß ihr Übergang in die Extrusionslösung verringert wird.

Ferner soll ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung für das Lyocellverfahren geschaffen werden, das sich durch einen verminderten Verbrauch an Wärmeenergie zur Wasserabtrennung und durch verringerte thermische Belastung des Aminoxids und der Cellulose auszeichnet. Weitere Vorteile ergeben sich aus der folgenden Beschreibung.

Diese Aufgabe wird bei dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man

- (a) aus Zellstoff und einer wässrigen Phase in einem Masseverhältnis in dem Bereich von 1:3 bis 1:40 eine Cellulosesuspension bildet und unter Scherung für einen Zeitraum in dem Bereich von 5 bis 200 Minuten aufrechterhält.
- (b) die Cellulosesuspension zu einem Material mit einem Cellulosegehalt in dem Bereich von 20 bis 80 Masse-% entwässert und die dabei anfallende wässrige Phase wenigstens teilweise in die Stufe (a) zurückführt,
- (c) das feuchte Cellulosematerial in Abwesenheit von N-Methyl-morpholin-N-oxid unter Homogenisierung durch eine erste Scherzone fördert,
- (d) das homogenisierte Cellulosematerial nach Zugabe von soviel wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, daß sich nach der Mischung eine Suspension mit einem Gehalt an N-Methylmorpholin-N-oxid in der flüssigen Phase in dem Bereich von 70 bis 80 Masse-% ergibt, durch eine zweite Scherzone fördert, und
- (e) die gebildete Cellulosesuspension in wässrigem N-Methylmorpholin-N-oxid durch Wasserverdampfung unter Scherung in die Extrusionslösung überführt.

Im Gegensatz zu bekannten Verfahren, bei denen der Zellstoff unmittelbar mit N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) gemischt wird, wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren durch die aminoxidfreien Stufen (a) bis (c) eine stärkere Aktivierung und Löslichkeitssteigerung der Cellulose erreicht, so daß die Lösungsbildung in der Stufe (e) beschleunigt und erleichtert wird. Durch die aminoxidfreien Stufen (a) und (b) können lösliche Begleitstoffe des Zellstoffs ausgewaschen und teilweise aus dem Verfahren abgestoßen
werden, indem nur ein Teil der in der Stufe (b) anfallenden wässrigen Phase in die Stufe (a) zurückgeführt wird und im übrigen
Frischwasser eingesetzt wird. Da erfindungsgemäß eine thermische
Aufkonzentrierung der Cellulosesuspension in wässrigem NMMO vor
der Stufe der Lösungsbildung entfällt, resultiert eine verringerte
thermische Belastung der Lösungskomponenten. Das bevorzugte Masseverhältnis Cellulose/wässrige Phase in Stufe (a) liegt in dem Bereich von 1:10 bis 1:30. Die bevorzugte Dauer der Scherungsbehandlung der Suspension in der Stufe (a) liegt in dem Bereich von 10
bis 120 Minuten. Der bevorzugte Cellulosegehalt des in Stufe (b)
entwässerten feuchten Cellulosematerials liegt in dem Bereich von
40 bis 60 Masse-%.

Nach der bevorzugten Ausführungsform setzt man zur Bildung der Cellulosesuspension in Stufe (a) zum Teil die wässrige Phase aus der Stufe (b) und zum Teil Frischwasser ein. Der restliche Teil der wässrigen Phase aus Stufe (b) wird abgestoßen. So wird vermieden, daß mit dem Zellstoff eingeschleppte lösliche Bestandteile in zu hohem Anteil in die Spinnlösung gelangen. Andererseits wird der in der wässrigen Phase aus Stufe (b) enthaltene Feinfaseranteil wenigstens teilweise zurückgeführt und so der Celluloseverlust minimiert.

Vorzugsweise arbeitet man in der Stufe (a) mit einer wässrigen Phase, die gelöste Bestandteile enthalten kann, vorzugsweise bis 1 Masse-%.

Bei der bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens entwässert man die Cellulosesuspension mit Hilfe von Vakuum und/oder Preßdruck zu einem Vlies und ermittelt man den Wassergehalt des Vlieses mit Hilfe einer Infrarot-Feuchtemessung und benutzt die Meßgröße zur Regelung der vorgegebenen Pressparameter und/oder der Zugabe des wässrigen

NMMO in der Stufe (d). Durch diese Regelung ist es möglich, die gewünschte Zusammensetzung der Extrusionslösung kontinuierlich einzuhalten, so daß optimale Eigenschaften der extrudierten cellulosischen Formkörper erhalten werden.

Vorzugsweise führt man in der Stufe (e) die Bildung der Celluloselösung in einem starken Scherfeld mit geringen Wärmeaustauschflächen bis auf ein NMMO/H<sub>2</sub>O-Molverhältnis in dem Bereich von 1:0,8 bis 1:1,2 durch. Die zur Wasserverdampfung in dieser Stufe erforderliche Energie wird überwiegend durch Scherung in die viskose Lösungsphäse eingetragen. Hierdurch und durch die geringe Wärmezufuhr wird eine örtliche Überhitzung und damit Schädigung der Komponenten der Extrusionslösung vermieden und das Risiko des Eintretens exothermer Reaktionsabläufe vermieden. Über die eingetragene Scherenergie kann auch die Wasserverdampfung gefahrloser geregelt werden (Run-away-Reaktion) als nur durch Wärmezufuhr über Austauschflächen.

Bei einer besonderen Ausführungsform des Verfahrens aktiviert man die Cellulose in der Stufe (a) oder zwischen den Stufen (a) und (b) enzymatisch, indem man die Cellulosesuspension bei einer Temperatur in dem Bereich zwischen 20 und 70°C, bei einem pH-Wert in dem Bereich von 3 bis 10 während einer Zeitdauer in dem Bereich von 0,1 bis 10 h mit 0,01 bis 10 Masse-% Enzym, bezogen auf die Cellulose, behandelt. Durch diese enzymatische Behandlung wird die Cellulose stärker für den Lösevorgang aktiviert als durch die Scherbehandlung in Stufe (a) alleine. Die Auflösung der Cellulose in Stufe (e) wird so beschleunigt; die gebildete Celluloselösung ist weniger viskos oder sie ist bei gleicher Viskosität konzentrierter. Geeignete Enzyme (Cellulasen) sind in der Technik bekannt, wie z.B. Rucolase der Firma Rudolph Chemie oder Roglyr 1538 der Fa. Rotta GmbH. Insbesondere führt man die enzymatische Behandlung bei 30 bis  $60^{\circ}$ C und einem pH-Wert von 4,5 bis 8 mit 0,1 bis 3,0 Masse-% Cellulase während eines Zeitraums von 0,5 bis 2 h durch.

WO 01/27161 PCT/DE00/03411

- 6 -

Bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens führt man wenigstens die Stufen (a) und (b) im Anschluß an die Zellstoffherstellung im Zellstoffwerk durch. Diese Behandlungsstufen können auch zusätzlich die enzymatische Behandlung umfassen. Die Durchführung dieser Stufen bei dem Zellstoffhersteller hat den Vorteil, daß die Aktivierung mit geringerem Aufwand als beim Faser- oder Folienhersteller möglich ist, weil im Zellstoffwerk Apparate und Erfahrungen in der Zellstoffbehandlung mit wässrigen Medien zur Verfügung stehen. Der Faser- oder Folienhersteller erhält einen nach seinen Vorgaben aktivierten Zellstoff, mit dem er gleich in die Stufe (c) des erfindungsgemäßen Verfahrens eintreten kann.

Nach der vorliegenden Erfindung umfaßt die Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens einen Mischbehälter mit Suspendierorganen, Zuführungsstutzen für Zellstoff und wässriges Suspensionsmittel und Ableitungsstutzen für gebildete Suspension, einen an den Ableitungsstutzen angeschlossenen Trennapparat zur teilweisen Abtrennung des Suspensionsmittels von dem Zellstoff, eine Rückführleitung für abgetrenntes Suspensionsmittel, die von dem Trennapparat zu dem Zuführungsstutzen für Suspensionsmittel an dem Mischbehälter führt, einen eine Homogenisierzone und eine anschließende Suspendierzone umfassenden Scherapparat mit einem ersten Beschikkungsstutzen für Zellstoff aus dem Trennapparat am Anfang der Homogenisierzone, einem zweiten Beschickungsstutzen für wässriges Lösungsmittel am Anfang der Suspendierzone und einem Ableitungsstutzen für Suspension am Ende der Suspendierzone, und einen Eindampf- und Löseapparat mit einem an den Ableitungsstutzen des genannten Scherapparats angeschlossenen Beschickungsstutzen an dem einen Ende, einem Lösungsabzugsstutzen an dem anderen Ende und wenigstens einem Dampfabzugsstutzen. Diese Anlage erlaubt die kontinuierliche Durchführung des Verfahrens. Dabei können die einzelnen Apparate unterschiedlich ausgestaltet sein. Ein geeigneter

WO 01/27161 PCT/DE00/03411

- 7 -

Mischbehälter für die Suspendierung in wässrigem Suspensionsmittel kann z.B. einer der in der Technik bekannten Pulper sein. Ein geeigneter Trennapparat ist vorzugsweise eine Vakuum-Siebbandpresse.

Die Erfindung wird nun an Hand der Zeichnung und der Beispiele näher erläutert.

Die Figur zeigt schematisch eine Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens. Ein Mischbehälter 1 wird über den Stutzen 3 mit Zellstoff-beschickt. Über den Stutzen 2 wird Suspendierungsmittel, bestehend aus über die Rückführleitung 4 zugeführtem wässrigem Rücklauf und über die Leitung 5 eingeführtem Frischwasser zugeführt. Die in dem Behälter 1 gebildete wässrige Zellstoffsuspension gelangt von dem Stutzen 6 über die Leitung 7 zu einer Siebbandpresse 8, auf der sie auf einen Flüssigkeitsgehalt von 50% entwässert wird. Das so abgetrennte Suspensionsmittel, das aus dem Zellstoff gelöste Bestandteile und Feinfasermaterial mitführt, wird durch die Rückführleitung 4 zum Mischbehälter 1 zurückgeführt. Durch die Leitung 9 kann ein Teil des Rücklaufs abgestoßen werden.

Der auf der Siebbandpresse 8 erhaltene entwässerte Zellstoff wird in Vliesform über den Trichter 12 einem Doppelwellenapparat 11 zugeführt. In dem Apparat 11 sind mehrere Wellen mit Scher- und Förderelementen angeordnet, von denen zwei Wellen 13,14 in der Zeichnung dargestellt sind. In einer ersten Scherzone, die etwa über das erste Drittel der Gesamtlänge beider Zonen reicht, sind die Wellen für die Scherung der aufgegebenen wasserhaltigen Cellulose eingerichtet. Nach etwa 1/3 der Apparatelänge befindet sich in dem Zylindergehäuse eine Aufgabeöffnung 15 für das Lösungsmittel (wasserhaltiges NMMO). Luft und etwas Wasserdampf wird durch die Leitungen 16 abgezogen. Der Apparat ist am Abströmende durch

ein Rohr 17 mit einem Mehrwellenlöser 18 verbunden, der als Lösestation dient. Die Suspension wird durch die Aufbauten der Wellen unter Scherung und Auflösung der Cellulose zum Abzugsstutzen 19 transportiert Der Löser 18 wird durch den Stutzen 20 unter Unterdruck gehalten, wodurch Wasser aus der Suspension verdampft und aus dem Löser 18 abgezogen wird. Beide Apparate 11 und 18 sind mit einem Heizmantel (nicht dargestellt) versehen, so daß die gewünschte Misch- bzw. Lösungstemperatur eingehalten werden kann.

#### <u>Beispiel l</u>

70 kg Zellstoff der Type MoDo mit 6% Feuchte wurden in einem Pulper mit 1300 l vollentsalztem Wasser etwa 10 Minuten suspendiert. Es wurde eine Zellstoffsuspension mit 5 Masse-% Zellstoff hergestellt. Die Suspension mit einer Temperatur von 50°C wurde mit einer Geschwindigkeit von 700 kg/h einer Vakuum-Entwässerungspresse aufgegeben, auf der der Zellstoff auf einen Feuchtegehalt von 50% entwässert wurde. 70kg/h des feuchten Zellstoffs wurden der ersten Scherzone eines in der Figur schematisch gezeigten Scherapparats zugeführt. Zu Beginn der zweiten Scherzone wurden 236 kg/h wässriges N-Methylmorpholin-N-oxid eingeführt. Das Gemisch wurde durch die zweite Scherzone gefördert, wobei die verfügbaren Apparatequerschnitte durch die geförderten Medien im wesentlichen vollständig ausgefüllt wurden. Die erhaltene Maische hatte einen NMMO-Gehalt von 76,3 %. 306 kg/h Maische wurden dann in einem Verdampfer/Löser mit starkem Scherfeld und kleinen Wärmeaustauschflächen weiter bis zur Bildung einer homogenen Lösung mit einem NMMO/H $_{
m 2}$ 0-Molverhältnis von 1:1 entwässert. Man erhielt 270 kg/h Spinnlösung mit einem Cellulosegehalt von 12,3%, die mit einer Temperatur von 94,5°C aus dem Aggregat abgezogen wurden. Die Spinnlösung konnte an Hand des Brechungsindex, des Partikelgehalts, der Partikelverteilung in der Lösung und ihrer Nullscherviskosität als gut eingeschätzt werden.

#### Beispiel 2

70 kg eines Zellstoffs, der unter den Verfahrensbedingungen des Beispiels 1 sehr schlechte Spinnlösungsqualitäten ergab, wurde in einem Turbolöser in Wasser von 45°C bei einem pH-Wert von 7 in einem Flottenverhältnis von 1:10 aufgeschlagen, mit 1,5 Masse-% Enzym, bezogen auf Cellulose, während 1,5 Stunden behandelt. Die gebildete Suspension wurde mit 50°C mit einer Geschwindigkeit von 700 kg/h auf eine Vakuum-Entwässerungspresse aufgegeben. Dabei wurde der Zellstoff auf einen Feuchtegehalt von 50% entwässert. Die weitere Verarbeitung des erhaltenen Vlieses war die gleiche wie in Beispiel 1. Es wurde ebenfalls eine Spinnlösung mit guten Qualitätsmerkmalen erhalten.

#### Beispiel 3

34 kg/h eines im Zellstoffwerk enzymatisch vorbehandelten Zellstoffs (0,5 % Cellulase des Typs Roglyr 1538 der Fa. Rotta GmbH, bezogen auf Cellulose, Feuchtegehalt 6 %) wurden mit Hilfe eines Schredders mit Austragseinheit über eine Bandwaage in einen Anmaischer dosiert. Die 34 kg/h wurden unter Homogenisierung einer ersten Scherzone zugeführt und nach Zugabe von 272 kg/h 76%igem NMMO durch eine zweite Scherzone gefördert. Die entstandene Maische hatte einen NMMO-Gehalt von 76,3%. Die Maische wurde in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 weiterverarbeitet. Die erhaltene Spinnlösung hatte die gleichen guten Eigenschaften wie in Beispiel 1.

#### Patentansprüche

- Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Extrusionslösung für die Bildung cellulosischer Formkörper, wie Fasern und Folien, nach dem Lyocellverfahren, bei dem man
- (a) aus Zellstoff und einer wässrigen Phase in einem Masseverhältnis in dem Bereich von 1:3 bis 1:40 eine Cellulosesuspension bildet und unter Scherung einen Zeitraum in dem Bereich von 5 bis 200 Minuten aufrechterhält.
- (b) die Cellulosesuspension zu einem Material mit einem Cellulosegehalt in dem Bereich von 20 bis 80 Masse-% entwässert und die dabei anfallende wässrige Phase wenigstens teilweise in die Stufe (a) zurückführt,
- (c) das feuchte Cellulosematerial in Abwesenheit von N-Methylmorpholin-N-oxid unter Homogenisierung durch eine erste Scherzone fördert,
- (d) das homogenisierte Cellulosematerial nach Zugabe von soviel wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, daß sich nach der Mischung eine Suspension mit einem N-Methylmorpholin-N-oxid-Gehalt in der flüssigen Phase in dem Bereich von 70 bis 80 Masse-% ergibt, durch eine zweite Scherzone fördert, wobei das Cellulosematerial bzw. die Suspension den verfügbaren Förderquerschnitt in den Scherzonen im wesentlichen vollständig ausfüllt, und
- (e) die gebildete Cellulosesuspension in wässrigem N-Methyl-morpholin-N-oxid durch Wasserverdampfung unter Scherung in die Extrusionslösung überführt.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Bildung der Cellulosesuspension in Stufe (a) zum Teil die wässrige Phase aus Stufe (b) und zum Teil Frischwasser einsetzt.

- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man in Stufe (a) mit einer wässrigen Phase arbeitet, die gelöste Bestandteile enthalten könnte.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cellulosesuspension in Stufe (b) mit Hilfe von Vakuum und/oder Preßdruck zu einem Vlies entwässert und den Wassergehalt des Vlieses mit Hilfe einer Infrarot-Feuchtemessung ermittelt und zur Regelung der vorgegebenen Pressparameter und/oder der Zugabe des wässrigen N-Methylmorpholin-N-oxids in der Stufe (d) benutzt.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man in der Stufe (e) die Bildung der Celluloselösung in einem starken Scherfeld mit kleinen Wärmeaustauschflächen bis auf ein NMMO/H<sub>2</sub>O-Molverhältnis in dem Bereich von 1:0,8 bis 1:1,2 durchführt.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cellulose in der Stufe (a) oder zwischen den Stufen (a) und (b) enzymatisch aktiviert, indem man die Cellulosesuspension bei einer Temperatur in dem Bereich zwischen 20 und 70°C, einem pH-Wert in dem Bereich von 3 und 10 während einer Zeitdauer in dem Bereich von 0,1 bis 10 h mit 0,01 bis 10 Masse-% Enzym, bezogen auf Cellulose, behandelt.
- 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die enzymatische Behandlung bei 30 bis 60°C und einem pH-Wert von 4,5 bis 8 mit 0,1 bis 3,0 Masse-% Enzym während eines Zeitraums von 0,5 bis 2 h durchführt.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stufen (a) und (b) im Zellstoffwerk durchführt.

9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 8, mit

einem Mischbehälter (1) mit Suspendierorganen, Zuführungsstutzen (3,2) für Zellstoff und wässriges Suspensionsmittel und einem Ableitungsstutzen (6) für Suspension,

einem mit dem Ableitungsstutzen (6) verbundenen Trennapparat (8) zur teilweisen Abtrennung des Suspensionsmittels von dem Zellstoff,

einer Rückführleitung (4) für abgetrenntes Suspensionsmittel von dem Trennapparat (8) zu einem Zuführungsstutzen (2) des Mischbehälters-(1) mit einer Abstoßleitung (9) für den möglichen teilweisen Suspensionsmittelabstoß,

einem eine Homogenisierzone und eine anschließende Suspendierzone umfassenden Scherapparat (11) mit einem ersten Beschickungsstutzen (12) für Zellstoff aus dem Trennapparat (8) am Anfang der
Homogenisierzone, einem zweiten Beschickungsstutzen (15) am Anfang
der Suspendierzone für Lösungsmittel und einem Ableitungsstutzen (17)
für Suspension am Ende der Suspendierzone, und

einem Eindampf- und Löseapparat (18) mit einem an den Ableitungsstutzen (17) des Scherapparats (11) angeschlossenen Beschikkungsstutzen an dem einen Ende, einem Lösungsabzugsstutzen (19) an dem anderen Ende und wenigstens einem Dampfabzugsstutzen (20).

- 10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Trennapparat (8) eine Vakuum-Siebbandpresse ist.
- 11. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der Trennapparat (8) ein Vakuum-Siebtrommel-Filter ist.

